



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁵ :

C11B 9/02, B01D 11/02

A1

(11) Numéro de publication internationale:

WO 94/26853

(43) Date de publication internationale: 24 novembre 1994 (24.11.94)

(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR94/00551

(22) Date de dépôt international: 10 mai 1994 (10.05.94)

(30) Données relatives à la priorité:

93/05810

11 mai 1993 (11.05.93)

FR

(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): ARCHIMEX
P.I.B.S [FR/FR]; Case postale 31, F-56038 Vannes Cédex
(FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (US seulement): MENGAL, Philippe
[FR/FR]; 14, rue du 11 Novembre 1918, F-56000 Vannes
(FR). MOMPON, Bernard [FR/FR]; 26 bis, rue Albert-1er,
F-56000 Vannes (FR).(74) Mandataire: VIDON, Patrice; Cabinet Patrice Vidon, Im-
meuble Germanium, 80, avenue des Buttes-de-Coësmes, F-
35700 Rennes (FR).(81) Etats désignés: AT, AU, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CZ,
DE, DK, ES, FI, GB, GE, HU, JP, KG, KP, KR, KZ, LK,
LU, LV, MD, MG, MN, MW, NL, NO, NZ, PL, PT, RO,
RU, SD, SE, SI, SK, TJ, TT, UA, US, UZ, VN, brevet
européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT,
LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,
CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée

Avec rapport de recherche internationale.

(54) Title: METHOD AND PLANT FOR SOLVENT-FREE MICROWAVE EXTRACTION OF NATURAL PRODUCTS

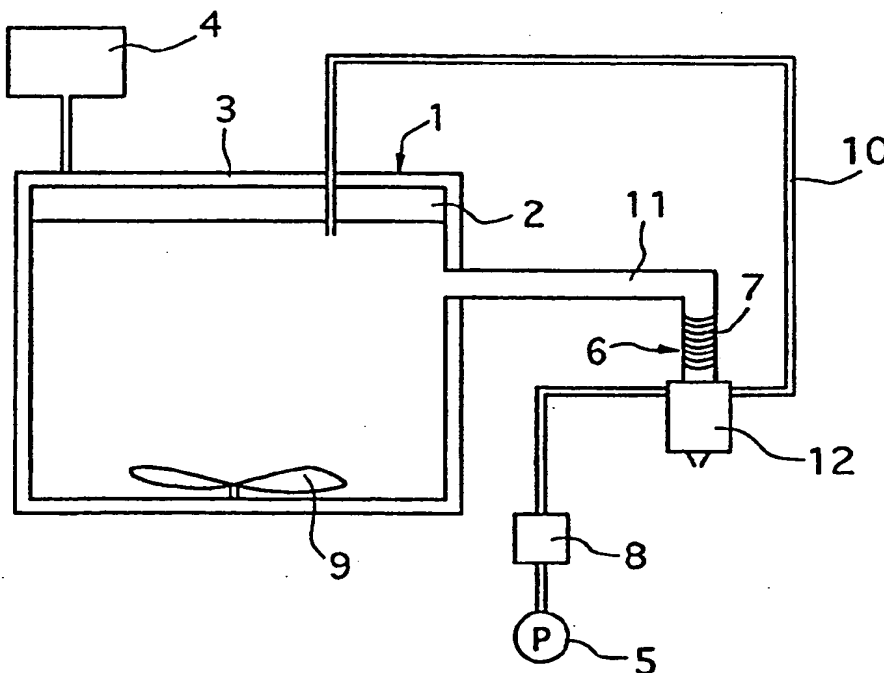
(54) Titre: PROCEDE ET INSTALLATION D'EXTRACTION SANS SOLVANT DE PRODUITS NATURELS PAR MICRO-ONDES

(57) Abstract

The microwave extraction method involves the steps of placing the biological material in an enclosure without any solvent whatsoever and exposing it to microwave radiation to free at least some of the natural product, and then separating the residual biological material from the extracted natural product. Additionally, it involves the steps of applying reduced pressure in said enclosure during said microwave radiation stage and heating the enclosure during at least most of the microwave radiation stage to compensate the temperature drop resulting from water evaporation from the biological material.

(57) Abrégé

Le procédé d'extraction par micro-ondes comprend les étapes consistant à placer le matériel biologique dans une enceinte, en l'absence de tout solvant, et à lui faire subir une irradiation aux micro-ondes, de façon à permettre la libération d'au moins une partie du produit naturel, puis à séparer le matériel biologique-résiduel du produit naturel extrait, et est caractérisé en ce qu'il comprend les étapes complémentaires consistant à appliquer une pression réduite à l'intérieur de ladite enceinte durant ladite étape d'application des micro-ondes, et à chauffer l'enceinte, durant au moins l'essentiel de l'étape d'application des micro-ondes, afin de compenser la chute de température résultant de l'évaporation de l'eau du matériel biologique.



UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	GB	Royaume-Uni	MR	Mauritanie
AU	Australie	GE	Géorgie	MW	Malawi
BB	Barbade	GN	Guinée	NE	Niger
BE	Belgique	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BF	Burkina Faso	HU	Hongrie	NO	Norvège
BG	Bulgarie	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BJ	Bénin	IT	Italie	PL	Pologne
BR	Brazil	JP	Japon	PT	Portugal
BY	Bélarus	KE	Kenya	RO	Roumanie
CA	Canada	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CF	République centrafricaine	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CG	Congo	KR	République de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KZ	Kazakhstan	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LK	Sri Lanka	SN	Sénégal
CN	Chine	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CS	Tchécoslovaquie	LV	Lettonie	TG	Togo
CZ	République tchèque	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DE	Allemagne	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
DK	Danemark	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	US	Etats-Unis d'Amérique
FI	Finlande	MN	Mongolie	UZ	Ouzbékistan
FR	France			VN	Viet Nam
GA	Gabon				

Procédé et installation d'extraction sans solvant de produits naturels par micro-ondes.

L'invention concerne le domaine de l'extraction de produits naturels contenus dans un matériel biologique et notamment, mais non exclusivement, l'extraction de tels produits à partir de végétaux.

L'extraction des produits naturels à partir de matériel biologique peut être effectuée selon plusieurs procédés mettant ou non en oeuvre un ou plusieurs solvants d'extraction, selon la nature du matériel biologique utilisé et celle du produit ou des produits que l'on veut extraire de celui-ci. On notera à ce sujet que le nom donné à un extrait est souvent fonction de la technologie mise en oeuvre pour parvenir à son obtention. Ainsi, les concrètes, les résinoïdes, les oléorésines... qui sont des extraits constitués de composés volatils ou de produits cireux et gras et non volatils, sont classiquement obtenus en présence d'au moins un solvant organique. Les huiles essentielles, constituées principalement de composés volatils odorants sont, quant à elles, obtenues généralement par distillation avec de la vapeur d'eau (hydrodistillation) et/ou par des procédés mécaniques.

A titre d'exemple, l'extraction des oléagineux, des huiles essentielles d'écorces d'agrumes, des huiles de poisson... est classiquement effectuée grâce à des procédés physiques tels que le broyage et/ou le pressage, en l'absence de solvant ou par hydrodistillation. Outre le fait qu'elles présentent un faible coût de mise en oeuvre, de telles techniques ont l'avantage de permettre l'obtention de produits d'extraction (et un matériel biologique après extraction) exempts de résidus de solvants et n'ayant donc pas à subir de traitement subséquent d'élimination de tels résidus.

Il existe cependant de nombreux produits qui ne peuvent être extraits à partir du matériel naturel qui les contient selon de telles méthodes et pour lesquels il est nécessaire d'employer des techniques d'extraction utilisant des solvants organiques. Grâce à de telles techniques le produit à extraire diffuse dans le solvant et s'y dissout. Cependant, il est ensuite nécessaire de séparer le produit extrait du solvant, dans le but de permettre la concentration de l'extrait. De nombreux paramètres interviennent dans les rendements d'extraction effectuée en présence de solvant, au rang desquels on peut citer :

- la solubilité du produit extrait dans le solvant choisi,
- la diffusion du produit extrait au sein de la matrice solide du matériel biologique utilisé.

Il est possible d'agir sur le premier paramètre notamment en faisant varier la température opératoire ou encore la concentration du solvant employé.

Par ailleurs, il est possible d'agir également sur le second paramètre, soit préalablement à l'étape d'extraction, soit concomitamment à celle-ci. Par exemple, la diffusion du produit extrait pourra être grandement améliorée en faisant subir au matériel biologique un prétraitement pouvant consister notamment en un broyage, une digestion enzymatique ou encore un séchage. On pourra aussi choisir d'agir sur le matériel biologique durant l'opération même d'extraction, par exemple en le chauffant ou en l'agitant. On connaît ainsi dans l'état de la technique, des procédés de sonication consistant à appliquer des ultra-sons au mélange constitué par le matériel biologique et le solvant afin de favoriser le passage de l'extrait dans le solvant. Les ondes mécaniques constituées par les ultra-sons permettent en effet de générer localement une cavitation du matériel biologique et conséquemment un échauffement de celui-ci favorisant la libération de l'extrait.

Il a également été proposé dans l'art antérieur de favoriser l'extraction d'un produit à partir d'un matériel biologique en soumettant celui-ci à une irradiation par des micro-ondes. L'action des micro-ondes sur les matériels biologiques est aujourd'hui bien connue. De telles ondes électro-magnétiques sont en effet absorbées sélectivement par les milieux possédant une constante diélectrique élevée et donc, dans le cas de matériel biologique, principalement par l'eau c'est-à-dire essentiellement par les tissus vasculaires et glandulaires et plus particulièrement les vacuoles dans le cas de matériel végétal. Lors d'une telle absorption, l'énergie du rayonnement est convertie en énergie calorifique, ce qui permet l'échauffement sélectif des parties du matériel biologique absorbant les micro-ondes.

Le brevet européen EP 0398798 divulgue une technique d'extraction de produits à partir de matériel biologique assistée par micro-ondes, comprenant les étapes suivantes consistant à :

- subdiviser un matériel biologique (menthe poivrée, livèche écossaise, cèdre ou ail) possédant une composante dispersée absorbant les micro-ondes (l'eau),
- mettre ce matériel subdivisé dans un solvant transparent ou partiellement transparent aux micro-ondes et absorbant moins les micro-ondes que la composante dispersée, tel que l'hexane, l'éthanol ou le dichlorométhane,
- exposer le mélange constitué par le matériel subdivisé et le solvant aux micro-ondes afin de permettre l'extraction des produits solubles en chauffant le matériel subdivisé préférentiellement au solvant,
- séparer le matériel biologique résiduel du solvant et,
- récupérer le produit extrait.

Bien que présentant l'avantage d'améliorer les rendements d'extraction, la technique décrite dans le brevet EP 0398798 ne permet pas de s'affranchir des inconvénients déjà cités liés à la présence de solvant dans l'extrait obtenu.

On notera qu'il a également déjà été proposé dans l'état de la technique de procéder à l'extraction d'huile essentielles à partir d'un matériel biologique par irradiation aux micro-ondes et en l'absence de solvant.

L'article paru dans la revue "Flavour and Fragrance journal", vol.4, pp 43-44 et ayant pour titre "Microwave Oven Extraction of an Essential Oil" décrit en effet une technique d'extraction de l'huile essentielle de Lippia sidoides par chauffage aux micro-ondes, selon laquelle des échantillons de plante de 30 à 40 grammes sont placés, en l'absence de tout solvant, dans un flacon à l'intérieur d'un four micro-ondes et subissent une irradiation aux micro-ondes pendant une durée de 5 mn. Le flacon utilisé est conçu de façon à permettre un entraînement de l'huile essentielle par un flux d'air provenant de l'extérieur.

Bien qu'autorisant une extraction dans un temps beaucoup plus court que les temps nécessaires pour mener à bien les opérations d'extraction par hydrodistillation, une telle méthode présente l'inconvénient majeur de nécessiter un apport énergétique très important pour permettre l'extraction, ce qui en fait un procédé n'offrant aucun intérêt d'ordre économique.

Tous les procédés d'extraction de produits naturels par micro-ondes décrits dans la littérature ne peuvent être mis en oeuvre que sur des masses de matériel biologique traité très faibles par rapport à la puissance des micro-ondes appliquées. Généralement cette puissance varie de 10 000 W à 20 000 W par kilogramme de matériel biologique. La puissance maximale des émetteurs de micro-ondes sur le marché, fonctionnant à une fréquence de 2450 MHz, est de 6 KW. En conséquence, ces procédés, pour être mis en oeuvre à l'échelle industrielle, doivent être adaptés à un fonctionnement en continu, afin de présenter ponctuellement une faible masse en face d'une source de micro-ondes de puissance raisonnable.

L'objectif de la présente invention est de proposer un procédé d'extraction par micro-ondes de produits naturels, ne présentant pas les inconvénients des procédés de l'état de la technique.

En particulier, un des objectifs de l'invention est de fournir un tel procédé permettant une extraction en l'absence de solvant et donc l'obtention d'un extrait exempt de tout résidu de solvant.

Un autre objectif de l'invention est de proposer un tel procédé sans pour autant nécessiter un apport énergétique excessif, pour une quantité donnée de matériel biologique à traiter.

Un autre objectif de l'invention est de proposer une installation pour la mise en oeuvre d'un tel procédé.

L'invention concerne un procédé d'extraction par micro-ondes d'au moins un produit naturel à partir d'un matériel biologique, ledit procédé consistant à:

- placer ledit matériel biologique dans une enceinte, en l'absence de tout solvant,
- faire subir une irradiation aux micro-ondes audit matériel biologique présent dans ladite enceinte, afin de provoquer l'évaporation d'au moins une partie de l'eau contenue dans ledit matériel biologique et conséquemment l'éclatement des structures cellulaires dudit matériel biologique, de façon à permettre la libération d'au moins une partie dudit produit naturel,
- séparer le matériel biologique résiduel du produit naturel extrait,

ledit procédé étant caractérisé en ce qu'il comprend les étapes complémentaires suivantes consistant à :

- appliquer, de façon intermittente, une pression réduite à l'intérieur de ladite enceinte durant ladite étape d'application des micro-ondes, afin de favoriser l'éclatement des structures cellulaire dudit matériel biologique induit par l'application des micro-ondes,
- chauffer, durant au moins l'essentiel de ladite étape d'application des micro-ondes, ladite enceinte, afin de compenser la chute de température résultant de l'évaporation de l'eau du matériel biologique,

la combinaison desdites étapes d'application des micro-ondes, d'application d'une pression réduite à l'intérieur de l'enceinte et de chauffage de l'enceinte autorisant l'hydrodistillation dudit produit naturel par entraînement de celui-ci dans la vapeur d'eau provenant dudit matériel biologique.

Un tel procédé peut être avantageusement mis en oeuvre sur tous les matériels biologiques naturels, qu'ils soient d'origine animale, végétale ou micro-biologique dès lors que ceux-ci contiennent au moins environ 30 % d'eau. Ce procédé pourra notamment être utilisé pour extraire des huiles essentielles à partir de plantes, de tissus d'origine animale et notamment de poissons, mais aussi à partir d'algues, de micro-algues et même éventuellement de micro-organismes. Bien sûr, ce matériel biologique pourra, selon sa nature, être subdivisé avant d'être introduit dans l'enceinte afin d'augmenter son facteur d'exposition aux micro-ondes.

Le procédé selon l'invention permet de réaliser l'hydrodistillation du produit que l'on désire extraire, non pas grâce à de l'eau apportée de l'extérieur au cours du procédé, mais grâce à l'eau contenue dans le matériel biologique traité. On notera à ce titre que, dans le cadre de la présente description, cette eau sera appelée eau de constitution, alors qu'elle pourra avoir été apportée préalablement au matériel biologique, lorsque celui-ci sera disponible sous forme déshydratée, lors d'une étape de réhumidification.

Le procédé selon l'invention consiste donc à soumettre le matériel biologique traité à un rayonnement micro-ondes, en l'absence de solvant extractant,

permettant au contenu des cellules de ce matériel d'être éjecté à l'extérieur. Afin de favoriser ce phénomène et dans le but de réaliser l'entraînement azéotropique du produit extrait, la pression de l'enceinte est réduite. Cette diminution de pression permet, d'une part, d'accroître la contrainte mécanique exercée sur les parois des cellules du matériel biologique et d'autre part d'augmenter la volatilité du mélange azéotrope constitué par le produit que l'on souhaite extraire et la vapeur d'eau. Selon l'invention, le chauffage concomitant de l'enceinte permet de compenser la diminution très rapide de la température résultant de l'évaporation de l'eau de constitution sous l'effet de l'abaissement de la pression dans l'enceinte. Une telle diminution de température est en effet susceptible de masquer complètement l'action des micro-ondes.

Le procédé selon l'invention présente de nombreux avantages.

Outre le fait qu'il conduit à des extraits sans solvant résiduel, il permet de plus, par rapport à une hydrodistillation classique, d'obtenir un extrait de composition équivalente et avec un rendement équivalent, en un temps substantiellement plus court. Alors que les temps d'hydrodistillation classique se comptent généralement en heures, les temps d'hydrodistillation sous pression réduite selon l'invention se comptent en minutes. Pour certains produits, il est ainsi possible d'obtenir une quantité donnée d'extrait dix fois plus rapidement qu'avec une distillation classique à la vapeur d'eau.

Par ailleurs, le procédé selon l'invention est beaucoup moins consommateur d'énergie que les procédés d'extraction assistée par micro-ondes de l'état de la technique. Pour une même quantité de matériel biologique traité, l'énergie mise en oeuvre dans le cadre de l'invention est également moindre que celle nécessaire à une hydrodistillation. Dans le cadre d'une hydrodistillation, il est en effet nécessaire de chauffer le matériel biologique et l'eau ajoutée, dont la masse peut représenter jusqu'à 10 fois la masse de matériel biologique.

Enfin, on notera que le matériel biologique résiduel obtenu à l'issue du procédé se présente sous une forme sèche, puisque l'eau de constitution qu'il contenait a servi à l'entraînement du produit extrait et que le procédé ne met pas

en oeuvre d'apport extérieur d'eau. En conséquence, ce matériau résiduel pourra facilement être dégradé par voie thermique et donc éventuellement recyclé comme combustible.

Préférentiellement, ladite étape du procédé selon l'invention, consistant en l'application intermittente d'une pression réduite, consiste à soumettre l'intérieur de ladite enceinte à des cycles de dépression.

Selon une variante de l'invention, ladite étape de séparation du matériel biologique résiduel de l'extrait consiste :

- à réfrigérer la vapeur d'eau contenant ledit produit naturel extrait,
- à décanter le mélange liquide résultant d'une telle réfrigération et,
- à séparer ledit produit naturel extrait et l'eau résultant d'une telle décantation.

Bien qu'un autre avantage du procédé soit de conduire à l'obtention de beaucoup moins d'eau résiduaire que les procédés classiques d'hydrodistillation, au moins une partie de ladite eau résultant de ladite étape de décantation est avantageusement injectée dans l'enceinte pour effectuer l'hydrodistillation du produit naturel restant dans ledit résidu de matériel biologique.

Par ailleurs, ladite étape de chauffage est préférentiellement menée à une température inférieure à 100°C. On notera que le procédé pourra être mené à une température avantageusement inférieure à 75°C de façon à permettre l'extraction de produits ayant tendance à se dégrader sous l'effet de la chaleur.

Les micro-ondes utilisées lors de ladite étape d'irradiation aux micro-ondes possèdent avantageusement une fréquence au moins égale à 300 MHz. On notera toutefois que dans de nombreux pays l'usage des fréquences est très strictement réglementé et que par exemple en France, seules les fréquences de 915 MHz et 2450 MHz sont autorisées pour les équipements industriels générant des micro-ondes.

Par ailleurs, ladite étape d'irradiation aux micro-ondes sera préférentiellement menée de façon à appliquer une puissance allant d'environ 100 W à environ 10 000 W par kilogramme de produit traité.

Selon une variante de mise en oeuvre du procédé, ladite étape d'irradiation aux micro-ondes est menée sous agitation mécanique dudit matériel biologique. Une telle agitation permettra d'augmenter le facteur d'exposition du matériel biologique aux micro-ondes.

5 L'invention concerne également une installation pour la mise en oeuvre d'un tel procédé caractérisée en ce qu'elle comprend :

- une enceinte pourvue de moyens de génération de micro-ondes à l'intérieur de ladite enceinte et présentant une double-paroi thermostatée ;

10 - des moyens de chauffage permettant de réguler la température de ladite double-paroi thermostatée ;

- des moyens permettant de réduire la pression à l'intérieur de ladite enceinte ;

- des moyens de récupération de l'extrait à sa sortie de ladite enceinte.

15 Préférentiellement, lesdits moyens de récupération de l'extrait comprennent des moyens de réfrigération de la vapeur d'eau contenant l'extrait.

Egalement préférentiellement, ladite installation présente des moyens pour faire fonctionner lesdits moyens permettant de réduire la pression à l'intérieur de l'enceinte de façon cyclique.

Avantageusement, ladite enceinte est pourvue de moyens d'agitation.

20 Enfin, également avantageusement, ladite installation comprend des moyens permettant de réacheminer l'eau résiduaire obtenue au niveau des moyens de récupération de l'extrait à l'intérieur de ladite enceinte.

L'invention, ainsi que les avantages qu'elle présente, seront plus facilement compris grâce à la description qui va suivre d'exemples de réalisation de celle-ci en
25 référence aux dessins, dans lesquels :

- la figure 1 représente une vue schématique d'une installation selon l'invention ;

30 - la figure 2 traduit l'évolution de la pression de l'enceinte et de la température du matériel biologique, dans le cadre d'un premier exemple de mise en oeuvre du procédé selon l'invention avec l'installation schématisée à la figure 1,

pour l'extraction d'huile essentielle de menthe poivrée ;

- la figure 3 représente l'évolution du rendement d'huile essentielle de menthe poivrée obtenu lors du premier exemple de mise en oeuvre du procédé ;

- la figure 4 traduit l'évolution de la pression de l'enceinte et de la température du matériel biologique, dans le cadre d'un exemple comparatif d'extraction d'huile essentielle de menthe poivrée ;

- la figure 5 représente l'évolution du rendement d'huile essentielle de menthe poivrée obtenu lors de l'exemple comparatif ;

- la figure 6 traduit l'évolution de la pression de l'enceinte et de la température du matériel biologique, dans le cadre d'un deuxième exemple de mise en oeuvre du procédé selon l'invention pour l'extraction d'huile essentielle de sauge officinale ;

- la figure 7 représente l'évolution du rendement d'huile essentielle de sauge officinale obtenu lors du deuxième exemple de mise en oeuvre du procédé selon l'invention.

En référence à la figure 1, une installation d'extraction de produits naturels à partir d'un matériel biologique est représentée schématiquement. Une telle installation comprend une enceinte 1 équipée de moyens 2 permettant de générer des micro-ondes dans le volume intérieur qu'elle délimite. Conformément aux dispositions légales, ces moyens 2 permettent l'émission de micro-ondes présentant une fréquence égale à 2450 MHz. (On notera qu'il aurait été également possible d'utiliser un générateur de micro-ondes présentant une fréquence de 915 MHz, cette autre fréquence étant également autorisée en France).

L'enceinte 1, est par ailleurs munie dans sa partie inférieure de moyens d'agitation 9, constitués par une turbine à trois pâles, permettant d'agiter le matériel biologique au cours de sa présence à l'intérieur de l'enceinte 1, lorsqu'il est soumis à l'action des micro-ondes. Une telle agitation permet d'augmenter l'exposition du matériel biologique aux micro-ondes et d'éviter que certaines zones de celui-ci ne soient insuffisamment irradiées pour mener à bien l'opération d'extraction.

Conformément à la présente invention, l'enceinte 1 est reliée d'une part avec des moyens 5 permettant de réduire la pression régnant en son intérieur et, d'autre part, avec des moyens de récupération 6 du produit naturel extrait grâce à l'action des micro-ondes sur le matériel biologique. Les moyens 5 permettant de diminuer la pression dans l'enceinte peuvent être constitués de tout moyen classiquement utilisé à l'effet de créer un vide partiel à l'intérieur d'une enceinte, tel que, par exemple, une pompe ou une trompe à eau. Dans le cadre du présent exemple, les moyens 6 de récupération du produit extrait comprennent une canalisation 11 installée dans la partie supérieure de l'enceinte 1, autour de laquelle sont prévus des moyens de réfrigération 7 formés par un serpentin dans lequel circule un liquide de refroidissement.

La canalisation 11 permet de récupérer les vapeurs résultant de l'action des micro-ondes sur le matériel biologique et dans lesquelles se trouve l'huile essentielle. Grâce aux moyens de réfrigération 7 ces vapeurs d'eau sont condensées. Un décanteur 12 est prévu à la sortie de la canalisation 11 pour récupérer ces vapeurs condensées et séparer l'huile essentielle. L'eau résiduaire restante, après décantation est avantageusement réacheminée, par une canalisation 10 dans l'enceinte 1 où elle est recyclée pour compléter l'extraction.

Afin de permettre un réchauffement de l'intérieur de l'enceinte 1 pour compenser la diminution de température résultant de l'abaissement de la pression induit par la pompe à vide 5, l'enceinte 1 présente une double-paroi 3 thermostatée reliée à des moyens de chauffage 4.

L'installation ci-dessus décrite a été utilisée pour mettre en oeuvre le procédé d'extraction par micro-ondes de la présente invention afin d'extraire des huiles essentielles de menthe poivrée (exemples 1) et de sauge officinale (exemple 3).

Exemple 1

Un kilogramme de menthe poivrée (*Mentha piperita* L., variété hongroise) présentant 15 % de matière sèche a été placée à l'intérieur de l'enceinte 1. Les moyens de chauffage 4 ont été réglés de façon telle que la paroi thermostatée 3

induit une température d'environ 70°C à l'intérieur de l'enceinte 1 et les moyens d'agitation 9 ont été mis en oeuvre de façon à présenter une vitesse de 40 tours par minute.

La puissance émise par les moyens 2 de génération de micro-ondes est de 1150 W et la puissance réfléchie varie entre 170 W et 220 W. Au cours de l'opération d'extraction, qui a duré 15 mn, la puissance effectivement absorbée a donc été de 930 à 980 W.

Au cours de l'extraction, la pompe 5 a été mise en oeuvre de façon à abaisser la pression à 250 mb. Cet abaissement de pression a été effectué au bout de 5 mn, 10 mn et 13 mn.

Par ailleurs, la température du milieu de réfrigération circulant dans le serpentin 7 a été fixée à 5 °C de façon à provoquer la condensation des vapeurs résultant de l'action des micro-ondes sur la menthe poivrée et contenant l'huile essentielle.

L'évolution de la température de la menthe présente dans l'enceinte et de la pression régnant à l'intérieur de celle-ci est représentée à la figure 2. Sous l'action des micro-ondes, la température du produit passe rapidement de la température ambiante jusqu'à environ 75°C. Dès que l'intérieur de l'enceinte est mis sous vide partiel (250 mb) grâce à la pompe 5, la température chute. Cette baisse de température est rapidement compensée grâce au chauffage de l'enceinte de façon à ne pas masquer l'action des micro-ondes.

En référence à la figure 3, après 15 mn d'extraction et 3 cycles de dépression, 1,52 ml d'huile essentielle ont été récupérés (soit un rendement de 1,01 ml pour 100g de matière sèche).

L'hydrodistillation du résidu de menthe poivrée résultant d'une telle opération d'extraction par micro-ondes n'a permis de n'obtenir que moins de 50 mg d'huile essentielle. Le procédé selon l'invention autorise donc l'obtention de rendement en huile essentielle approchant l'épuisement du matériel biologique.

La comparaison des profils de chromatographie en phase gazeuse de deux huiles essentielles obtenues par le procédé d'extraction selon l'invention et par

hydrodistillation classique n'a pas fait apparaître de différence majeure de composition.

Exemple 2

La même quantité de menthe poivrée que dans l'exemple 1 a été traitée en utilisant les mêmes conditions opératoires que dans l'exemple 1 mais en faisant fonctionner continûment la pompe 5 de façon telle que la pression régnant à l'intérieur de l'enceinte 1 soit fixée à 250 mb durant toute l'opération d'extraction.

L'évolution de la température de la menthe et de la pression dans l'enceinte est donnée à la figure 4.

En référence à la figure 5, le rendement en huile essentielle n'a alors été que de 0,2 ml pour 100g, soit 5 fois moindre que dans l'exemple 1. 1150 mg d'huile essentielle ont été récupérée dans le résidu de menthe après l'opération d'extraction. Ces résultats montrent l'importance du caractère intermittent qui doit être donné, selon l'invention, à l'abaissement de la pression à l'intérieur de l'enceinte.

Exemple 3

Cinq cents grammes de sauge officinale (*Salvia officinalis* L.) présentant 25 % de matière sèche ont été placés à l'intérieur de l'enceinte 1. Les moyens de chauffage 4 ont été réglés de façon telle que la paroi thermostatée 3 induise une température d'environ 70°C à l'intérieur de l'enceinte 1 et les moyens d'agitation 9 ont été mis en oeuvre de façon à présenter une vitesse de 40 tours par minute.

La puissance émise par les moyens 2 de génération de micro-ondes est de 1000 W et la puissance réfléchie varie entre 150 W et 200 W. Au cours de l'opération d'extraction, qui a duré 10 mn, la puissance effectivement absorbée a donc été de 800 à 850 W.

Au cours de l'extraction, la pompe 5 a été mise en oeuvre de façon à abaisser la pression à 250 mb. Cet abaissement de pression a été effectué au bout de 3,5 mn et 7 mn.

Par ailleurs, la température du milieu de réfrigération circulant dans le serpentín 7 a été fixée à 5 °C de façon à provoquer la condensation des vapeurs résultant de l'action des micro-ondes sur la menthe poivrée et contenant l'huile

essentielle.

L'évolution de la température de la sauge présente dans l'enceinte et de la pression régnant à l'intérieur de celle-ci est représentée à la figure 6.

5 En référence à la figure 7, après 10 mn d'extraction et 2 cycles de dépression, 3,06 ml d'huile essentielle ont été récupérés (soit un rendement de 2,55 ml pour 100g de matière sèche).

10 Le rendement théorique par hydrodistillation classique de la même quantité de sauge est de 2,77 ml pour 100 g ce qui montre que la mise en oeuvre du procédé selon l'invention a permis de récupérer plus de 90 % de l'huile essentielle de la sauge officinale traitée.

15 Les exemples de réalisation de l'invention ici décrits n'ont pas pour objet de réduire la portée de celle-ci. En particulier, il pourra être envisager de faire agir les micro-ondes pendant un temps plus long ou plus court, d'utiliser des fréquences de micro-ondes différentes ou de séparer l'extrait de la vapeur selon une autre technique que celle décrite sans sortir du cadre de l'invention.

REVENDICATIONS

1. Procédé d'extraction par micro-ondes d'au moins un produit naturel à partir d'un matériel biologique, ledit procédé comprenant les étapes consistant à:

- placer ledit matériel biologique dans une enceinte, en l'absence de tout solvant,
- faire subir une irradiation par micro-ondes audit matériel biologique présent dans ladite enceinte, afin de provoquer l'évaporation d'au moins une partie de l'eau contenue dans ledit matériel biologique et conséquemment l'éclatement des structures cellulaires dudit matériel biologique, de façon à permettre la libération d'au moins une partie dudit produit naturel,
- séparer le matériel biologique résiduel du produit naturel extrait, ledit procédé étant caractérisé en ce qu'il comprend les étapes complémentaires consistant à :

- appliquer de façon intermittente, une pression réduite à l'intérieur de ladite enceinte durant ladite étape d'application des micro-ondes, afin de favoriser l'éclatement des structures cellulaires dudit matériel biologique induit par l'application des micro-ondes,
 - chauffer, durant au moins l'essentiel de ladite étape d'application des micro-ondes, ladite enceinte, afin de compenser la chute de température résultant de l'évaporation de l'eau du matériel biologique,
- la combinaison desdites étapes d'application des micro-ondes, d'application d'une pression réduite à l'intérieur de l'enceinte et de chauffage de l'enceinte autorisant l'hydrodistillation dudit produit naturel par entraînement de celui-ci dans la vapeur d'eau même provenant dudit matériel biologique .

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que ladite étape d'application d'une pression réduite consiste à soumettre l'intérieur de ladite enceinte à des cycles de dépression.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2 caractérisé en ce que ladite étape de séparation du matériel biologique résiduel de l'extrait consiste :

- à réfrigérer la vapeur d'eau contenant ledit produit naturel extrait,
- à décanter le mélange liquide résultant d'une telle réfrigération et,
- à séparer ledit produit naturel extrait et l'eau résultant d'une telle décantation.

5 4. Procédé selon la revendication 3 caractérisé en ce qu'au moins une partie de ladite eau résultant de ladite étape de décantation est injectée dans l'enceinte pour effectuer l'hydrodistillation du produit naturel restant dans ledit résidu de matériel biologique.

10 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que ladite étape de chauffage est menée à une température inférieure à 100°C.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que les micro-ondes utilisées lors de ladite étape d'irradiation aux micro-ondes possèdent une fréquence au moins égale à 300 MHz.

15 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que ladite étape d'irradiation aux micro-ondes est menée de façon à appliquer une puissance allant d'environ 100 W à environ 10 000 W par kilogramme de produit traité.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7 caractérisé en ce que ladite étape d'irradiation aux micro-ondes est menée sous agitation mécanique dudit matériel biologique.

20 9. Installation pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 8 caractérisée en ce qu'elle comprend :

- une enceinte (1) pourvue de moyens de génération de micro-ondes (2) à l'intérieur de ladite enceinte (1) et présentant une double-paroi thermostatée (3);

25 - des moyens de chauffage (4) permettant de réguler la température de ladite double-paroi thermostatée (3) ;

- des moyens permettant de réduire la pression (5) à l'intérieur de ladite enceinte ;

- des moyens de récupération de l'extrait (6) à sa sortie de ladite enceinte.

30 10. Installation selon la revendication 9 caractérisée en ce que lesdits moyens de récupération de l'extrait (6) comprennent des moyens de réfrigération

(7).

11. Installation selon la revendication 9 ou 10 caractérisée en ce qu'elle présente des moyens (8) pour faire fonctionner lesdits moyens (5) permettant de réduire la pression à l'intérieur de l'enceinte de façon cyclique

5

12. Installation selon l'une des revendications 9 à 11 caractérisée en ce que ladite enceinte est pourvue de moyens d'agitation (9).

13. Installation selon l'une des revendications 9 à 12 caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens (10) permettant de réacheminer l'eau résiduaire obtenue au niveau des moyens de récupération de l'extrait à l'intérieur de ladite

10

enceinte (1).

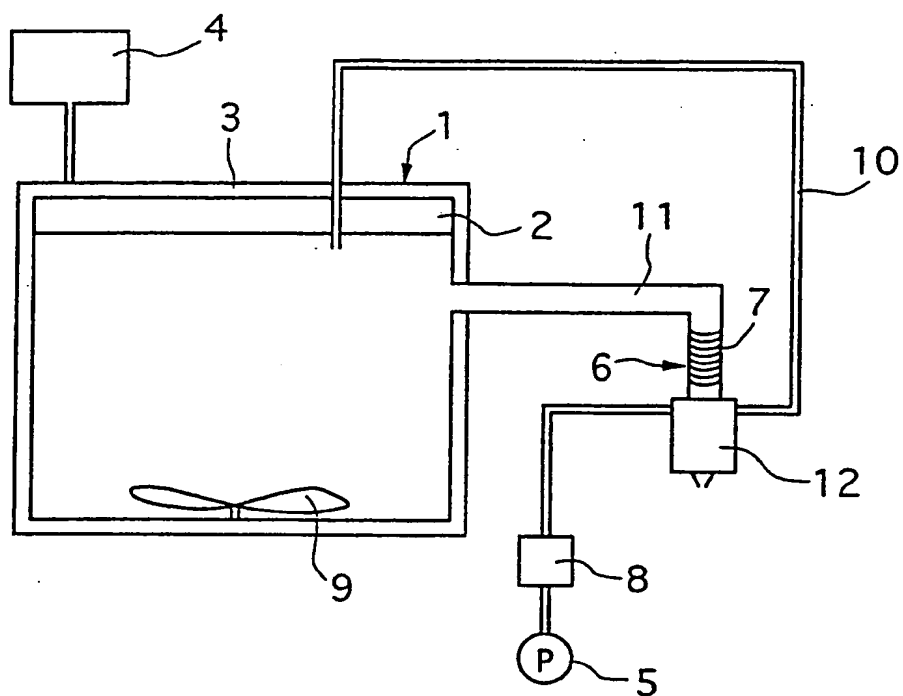
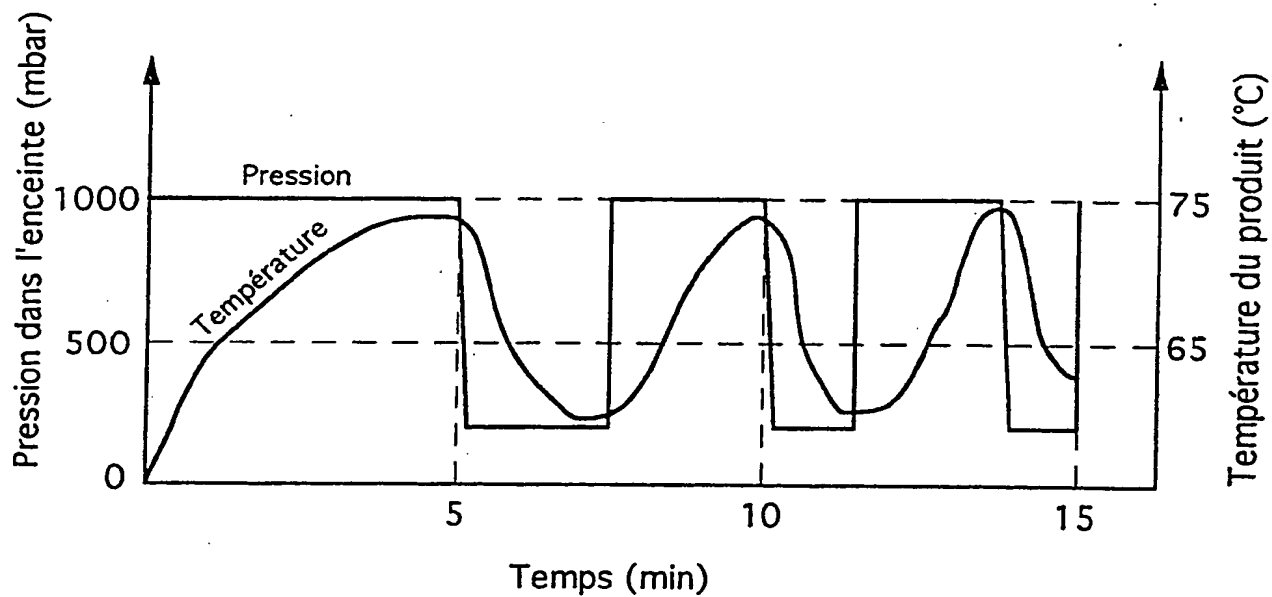
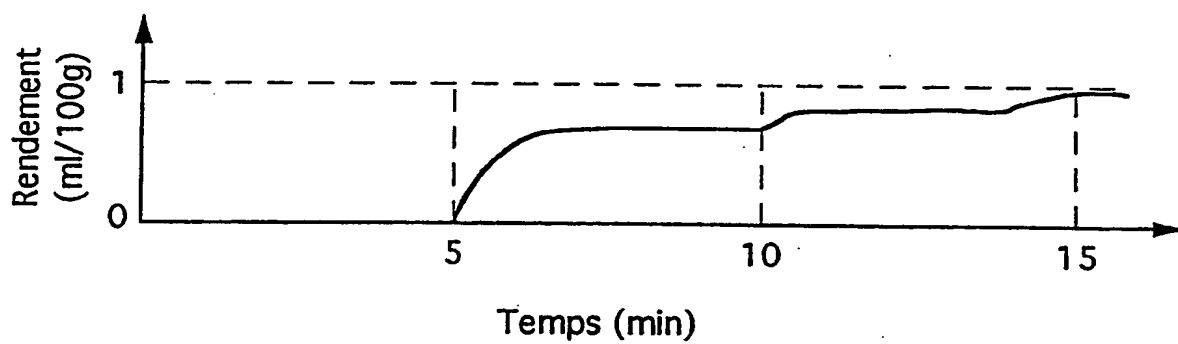
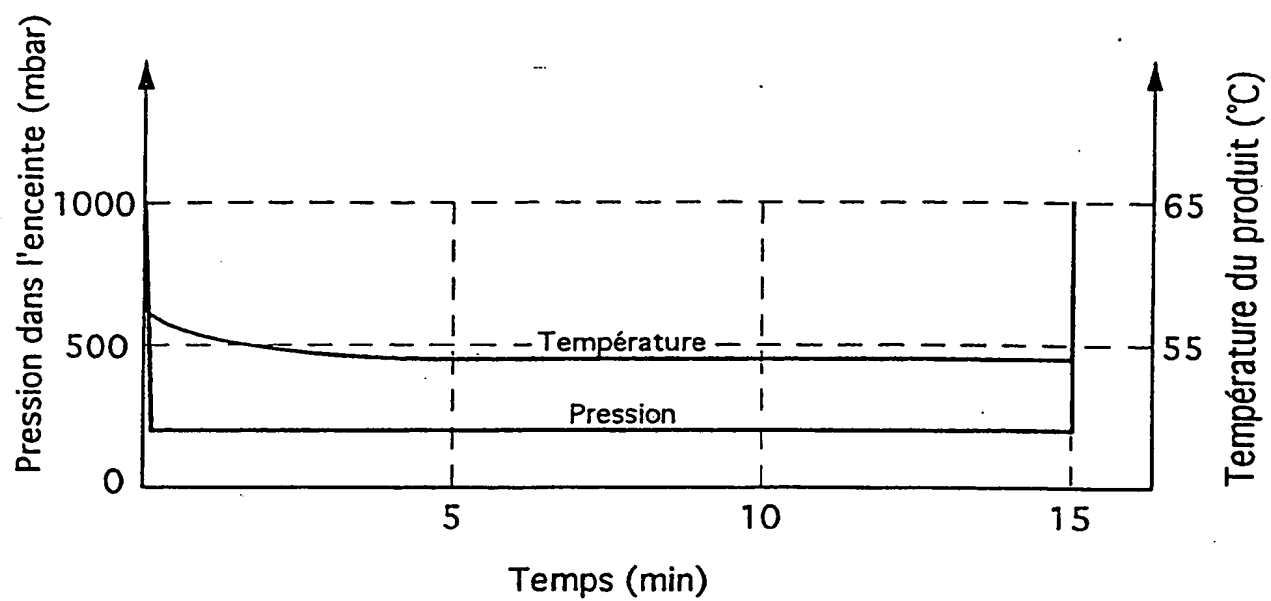
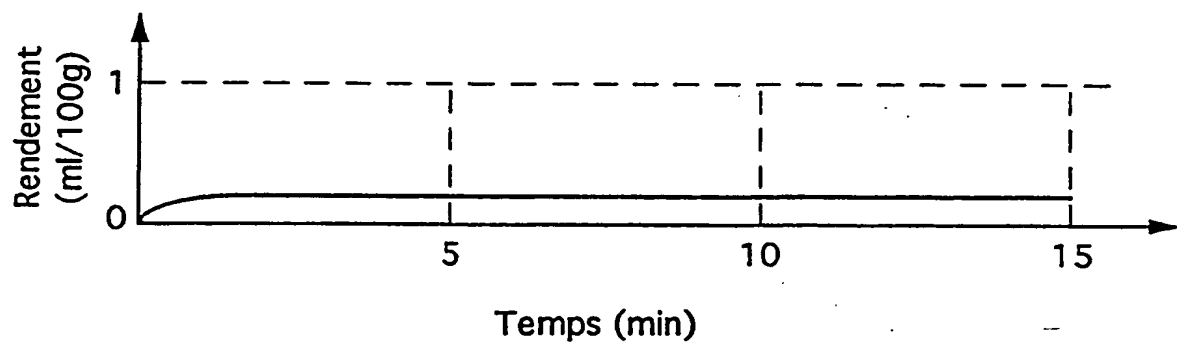


Fig. 1

Fig. 2Fig. 3

3/4

Fig. 4Fig. 5

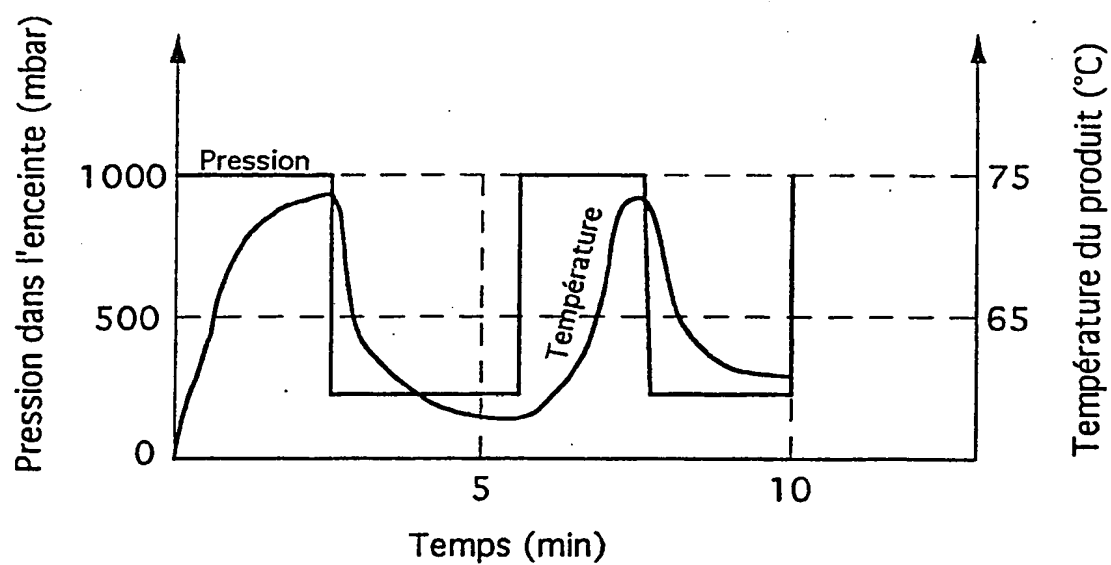


Fig. 6

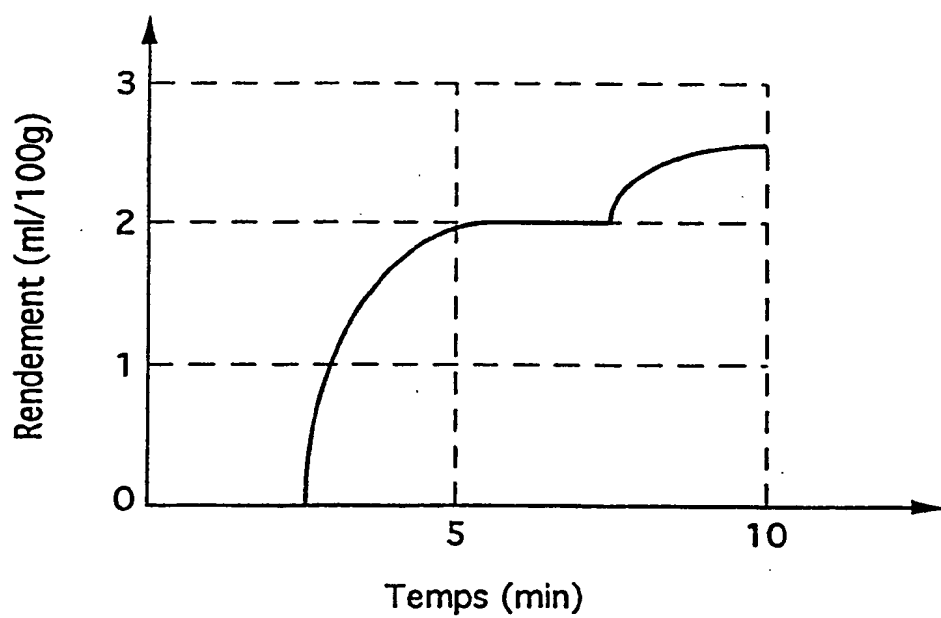


Fig. 7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/FR 94/00551A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 5 C11B9/02 B01D11/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 5 C11B B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP,A,0 485 668 (HER MAJESTY THE QUEEN IN RIGHT OF CANADA) 20 May 1992 see the whole document ---	1,8-10, 12,13
A	EP,A,0 398 798 (HER MAJESTY THE QUEEN IN RIGHT OF CANADA) 22 November 1990 cited in the application see the whole document ---	1,8-10, 12,13
A	AU,A,578 313 (W. A. J. GREVE) 10 April 1986 see the whole document -----	1

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

27 July 1994

Date of mailing of the international search report

04.08.94

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Plaka, T

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/FR 94/00551

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A-0485668	20-05-92	NONE	
EP-A-0398798	22-11-90	US-A- 5002784	26-03-91
AU-A-578313	20-10-88	AU-A- 4790285	10-04-86

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No.

PCT/FR 94/00551

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 5 C11B9/02 B01D11/02

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 5 C11B B01D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP,A,0 485 668 (HER MAJESTY THE QUEEN IN RIGHT OF CANADA) 20 Mai 1992 voir le document en entier ---	1,8-10, 12,13
A	EP,A,0 398 798 (HER MAJESTY THE QUEEN IN RIGHT OF CANADA) 22 Novembre 1990 cité dans la demande voir le document en entier ---	1,8-10, 12,13
A	AU,A,578 313 (W. A. J. GREVE) 10 Avril 1986 voir le document en entier -----	1

☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

27 Juillet 1994

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

04.08.94

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+ 31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Plaka, T

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande Internationale No.

PCT/FR 94/00551

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP-A-0485668	20-05-92	AUCUN	
EP-A-0398798	22-11-90	US-A- 5002784	26-03-91
AU-A-578313	20-10-88	AU-A- 4790285	10-04-86



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁵ :

C11B 9/02, B01D 11/02

A1

(11) Numéro de publication internationale:

WO 94/26853

(43) Date de publication internationale: 24 novembre 1994 (24.11.94)

(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR94/00551

(22) Date de dépôt international: 10 mai 1994 (10.05.94)

(30) Données relatives à la priorité:

93/05810

11 mai 1993 (11.05.93)

FR

(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): ARCHIMEX [FR/FR]; P.I.B.S., Case postale 31, F-56038 Vannes Cédex (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (US seulement): MENGAL, Philippe [FR/FR]; 14, rue du 11 Novembre 1918, F-56000 Vannes (FR). MOMPON, Bernard [FR/FR]; 26 bis, rue Albert-1er, F-56000 Vannes (FR).

(74) Mandataire: VIDON, Patrice; Cabinet Patrice Vidon, Immeuble Germanium, 80, avenue des Buttes-de-Coësmes, F-35700 Rennes (FR).

(81) Etats désignés: AT, AU, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CZ, DE, DK, ES, FI, GB, GE, HU, JP, KG, KP, KR, KZ, LK, LU, LV, MD, MG, MN, MW, NL, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SI, SK, TJ, TT, UA, US, UZ, VN, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée

Avec rapport de recherche internationale.

(54) Title: METHOD AND PLANT FOR SOLVENT-FREE MICROWAVE EXTRACTION OF NATURAL PRODUCTS

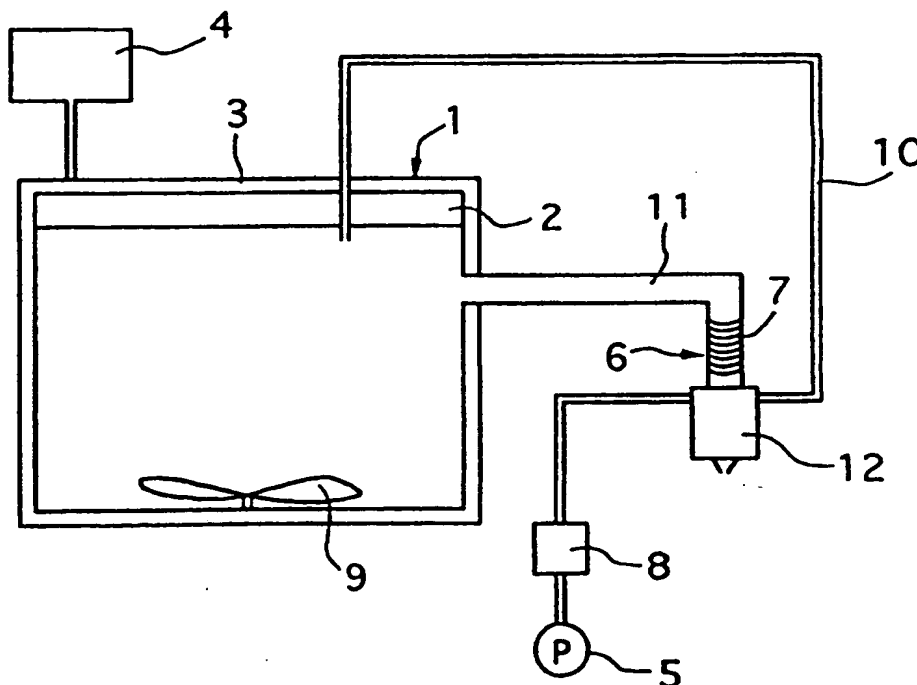
(54) Titre: PROCEDE ET INSTALLATION D'EXTRACTION SANS SOLVANT DE PRODUITS NATURELS PAR MICRO-ONDES

(57) Abstract

The microwave extraction method involves the steps of placing the biological material in an enclosure without any solvent whatsoever and exposing it to microwave radiation to free at least some of the natural product, and then separating the residual biological material from the extracted natural product. Additionally, it involves the steps of applying reduced pressure in said enclosure during said microwave radiation stage and heating the enclosure during at least most of the microwave radiation stage to compensate the temperature drop resulting from water evaporation from the biological material.

(57) Abrégé

Le procédé d'extraction par micro-ondes comprend les étapes consistant à placer le matériel biologique dans une enceinte, en l'absence de tout solvant, et à lui faire subir une irradiation aux micro-ondes, de façon à permettre la libération d'au moins une partie du produit naturel, puis à séparer le matériel biologique-résiduel du produit naturel extrait, et est caractérisé en ce qu'il comprend les étapes complémentaires consistant à appliquer une pression réduite à l'intérieur de ladite enceinte durant ladite étape d'application des micro-ondes, et à chauffer l'enceinte, durant au moins l'essentiel de l'étape d'application des micro-ondes, afin de compenser la chute de température résultant de l'évaporation de l'eau du matériel biologique.



UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	GB	Royaume-Uni	MR	Mauritanie
AU	Australie	GE	Géorgie	MW	Malawi
BB	Barbade	GN	Guinée	NE	Niger
BE	Belgique	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BF	Burkina Faso	HU	Hongrie	NO	Norvège
BG	Bulgarie	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BJ	Bénin	IT	Italie	PL	Pologne
BR	Brazil	JP	Japon	PT	Portugal
BY	Bélarus	KE	Kenya	RO	Roumanie
CA	Canada	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CF	République centrafricaine	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CG	Congo	KR	République de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KZ	Kazakhstan	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LK	Sri Lanka	SN	Sénégal
CN	Chine	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CS	Tchécoslovaquie	LV	Lettonie	TG	Togo
CZ	République tchèque	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DE	Allemagne	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
DK	Danemark	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	US	Etats-Unis d'Amérique
FI	Finlande	MN	Mongolie	UZ	Ouzbékistan
FR	France			VN	Viet Nam
GA	Gabon				